

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-149992

(43) 公開日 平成10年(1998) 6月2日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

C 2 3 C 16/46

C 2 3 C 16/46

H 0 1 L 33/00

H 0 1 L 33/00

C

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平8-310323

(22) 出願日

平成8年(1996)11月21日

(71) 出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72) 発明者 武石 英見

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 亀井 英徳

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 奥 保成

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

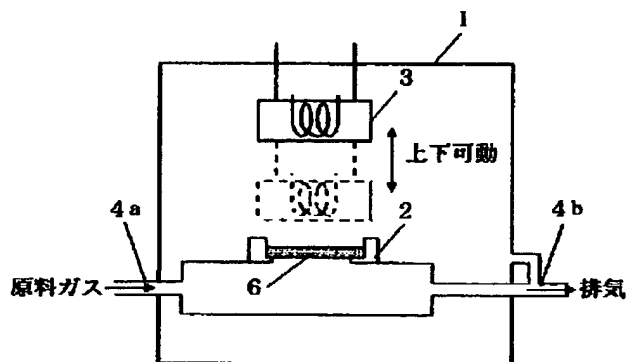
(74) 代理人 弁理士 滝本 智之 (外1名)

(54) 【発明の名称】 薄膜成長装置及びこれを用いた窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 基板温度を速やかに変化させることが可能で、結晶成長中断時における結晶表面の変化を抑制し、かつ多層膜からなる化合物半導体の成膜時間を短縮することが可能な薄膜成長装置及びこれを用いた窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法の提供を目的とする。

【解決手段】 本発明の薄膜成長装置は、成長室1と、成長室1内に配設された基板ホルダー2と、基板ホルダー2を加熱する基板ヒーター3と、を有する薄膜成長装置において、基板ホルダー2と基板ヒーター3の距離を制御できる距離制御手段を備えた構成よりなる。また、本発明の窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法は、本発明の薄膜成長装置を用いて組成比の異なるAlInGa_nN層を積層する際に、Inの組成比が大きいほど基板ホルダーと基板ヒーターの距離を遠くする構成よりなる。



1 成長室 2 基板ホルダー
3 基板ヒーター 4a, 4b 通気管
6 基板

【特許請求の範囲】

【請求項1】成長室と、前記成長室内に配設された基板ホルダーと、前記基板ホルダーを加熱する基板ヒーターと、を有する薄膜成長装置において、前記基板ホルダーと前記基板ヒーターの距離を制御できる距離制御手段を備えたことを特徴とする薄膜成長装置。

【請求項2】請求項1に記載の薄膜成長装置を用いた窒化ガリウム化合物半導体の製造方法であって、組成比の異なるAlInGa_{1-x-y}N層を積層する際に、Inの組成比が大きいほど前記基板ホルダーと前記基板ヒーターの距離を遠くすることを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、発光ダイオードやレーザーダイオード等の発光デバイス又は電子デバイス等に用いる化合物半導体を製造するための薄膜成長装置、及び薄膜成長装置を用いた窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、青色及び緑色等の短波長発光デバイスや高温で動作する電子デバイスに用いる材料として、AlGaInNで表わされる窒化ガリウム系化合物半導体が脚光を浴びている。ここで、青色発光ダイオードとして利用される窒化ガリウム系化合物半導体の構造の一例を図4を用いて説明する。

【0003】図4は窒化ガリウム系化合物半導体の構造を示す模式図である。図4において、7はサファイヤ基板、8はAlN層、9はn型Ga_{0.9}N層、10はn型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層、11a、11bはIn_{0.1}Ga_{0.9}N層、12はIn_{0.3}Ga_{0.7}N層、13はp型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層、14はp型Ga_{0.9}N層である。

【0004】図4に示した窒化ガリウム系化合物半導体は、サファイヤ基板7上にバッファ層としてAlN層8が形成され、このAlN層8上にn型Ga_{0.9}N層9、n型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層10、In_{0.1}Ga_{0.9}N層11a、In_{0.3}Ga_{0.7}N層12、In_{0.1}Ga_{0.9}N層11b、p型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層13、p型Ga_{0.9}N層14が順次積層された多層膜から構成されている。

【0005】ところで、このような窒化ガリウム系化合物半導体は、有機金属気相成長装置や分子線エピタキシー装置等の薄膜成長装置を用いて作製されるが、組成の異なる化合物層を順次結晶成長させるためには、結晶成長させる基板の温度を化合物層に応じて変化させる必要がある。

【0006】例えば、図4に示した化合物層の中で、Inを含まないAlN層、n型又はp型Ga_{0.9}N層、n型又はp型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層については、良好な表面や高品質な結晶を得るために基板温度を1000℃付近の高温にして結晶成長させる。

【0007】一方、Inを含むIn_{0.1}Ga_{0.9}N層やIn_{0.3}Ga_{0.7}N層といったInGa_{1-x-y}N層については、温度の増加とともにInNの解離が著しくなり、1000℃といった高温では結晶成長時にほとんどのInが結晶中に取り込まれずに再蒸発する。したがって、通常InGa_{1-x-y}N層の結晶成長は600℃～800℃程度の温度範囲で行われ、Inの組成比が大きいInGa_{1-x-y}N層ほど基板温度を低くする必要がある。このような結晶成長時の基板温度の調節は、薄膜成長装置内の基板ホルダーに配設されている基板ヒーターの加熱量を制御して行われている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】上記従来の薄膜成長装置を用いて窒化ガリウム系化合物半導体を製造する場合、基板ヒーターの加熱量を変えて基板ホルダーに装着されている基板の温度を600℃～1000℃の範囲で変化させては、その温度を維持して結晶成長させた後、再び基板温度を変化させることを繰り返す必要がある。この時、基板温度を1000℃から800℃、あるいは800℃から1000℃に変える場合、基板温度が設定した値で安定するまでには、RF高周波加熱、抵抗加熱、ランプ加熱等のいずれの方法を用いても5分～10分程度は必要である。

【0009】この間、化合物層の結晶成長が中断されることになるが、結晶成長を中断している間に、結晶表面からのInの脱離や不純物の吸着等が生じて、化合物層の界面における欠陥が増殖し、化合物半導体の発光特性等が劣化するという問題を生じていた。特に、多重量子井戸構造を有する化合物半導体では、数十nm以下の極めて薄い化合物層を形成する必要があるため、結晶成長中断時における化合物層表面の変化による影響が極めて大きかった。

【0010】本発明は上記従来の課題を解決するものであり、基板温度を速やかに変化させることが可能で、結晶成長中断時における結晶表面の変化を抑制し、かつ多層膜からなる化合物半導体の成膜時間を短縮することが可能な薄膜成長装置の提供、及び基板温度を迅速かつ精度よく制御することによって、化合物層間において良好なヘテロ接合界面を形成することが可能な窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法の提供を目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために本発明の薄膜成長装置は、成長室と、成長室内に配設された基板ホルダーと、基板ホルダーを加熱する基板ヒーターと、を有する薄膜成長装置において、基板ホルダーと基板ヒーターの距離を制御できる距離制御手段を備えた構成よりなる。

【0012】この構成により、基板ヒーターの温度を一定に保ったまま、距離制御手段で基板ホルダーまたは基板ヒーターを移動させて基板ホルダーと基板ヒーターと

の距離を変化させることで、基板ホルダーに装着された基板の温度を変えることができる。この時、基板ヒーターの温度を一定にして、もしくはその温度変化量を小さくできるので、従来のように基板ホルダーと基板ヒーターとの距離を固定し、基板ヒーターの加熱量を変化させる場合に比べて、基板温度を変えてから安定化するまでの時間が短縮され、基板温度を極めて迅速に変化させることが可能となる。また、基板ホルダーと基板ヒーターの距離により、基板温度を厳密に制御することができる。したがって、結晶成長が中断される時間が短くなるため結晶成長中断時における結晶表面の変化を抑制して高品質な多層膜を形成できるとともに、多層膜からなる化合物半導体の全体的な成膜時間を短縮することが可能となる。

【0013】また、本発明の窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法は、請求項1に記載の薄膜成長装置を用いた窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法であって、組成比の異なるAlInGa_xN層を積層する際に、基板ヒーターの温度を一定として、Inの組成比が大きいほど基板ホルダーと基板ヒーターの距離を遠くする構成よりなる。

【0014】この構成により、従来に比べて基板温度を変化させる際に結晶成長が中断される時間を短くすることが可能になり、かつ基板ホルダーと基板ヒーターとの距離を変えることで基板温度を精度よく制御できることから、化合物層間において良好なヘテロ接合界面を形成することが可能になり、窒化ガリウム系化合物半導体の発光特性を向上させることができる。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明の請求項1に記載の発明は、成長室と、成長室内に配設された基板ホルダーと、基板ホルダーを加熱する基板ヒーターと、を有する薄膜成長装置において、基板ホルダーと基板ヒーターの距離を制御できる距離制御手段を備えたこととしたものであり、結晶成長が中断される時間が短くなり、結晶成長中断時における結晶表面の変化を抑制して高品質な多層膜を形成できるとともに、多層膜からなる化合物半導体の全体的な成膜時間を短縮することが可能となるという作用を有する。

【0016】ここで、薄膜成長装置としては、有機金属気相成長装置又は分子線エビタキシー装置等が挙げられる。また、距離制御手段は、より具体的にはサーボモータ等を用いて基板ホルダーを上下可動する方式、または基板ヒーターを上下可動する等が挙げられる。

【0017】本発明の請求項2に記載の発明は、請求項1に記載の薄膜成長装置を用いた窒化ガリウム化合物半導体の製造方法であって、組成比の異なるAlInGa_xN層を積層する際に、基板ヒーターの温度を一定として、Inの組成比が大きいほど基板ホルダーと基板ヒーターの距離を遠くすることとしたものであり、基板温度

を迅速かつ精度よく制御することによって、化合物層間において良好なヘテロ接合界面を形成することが可能となり、窒化ガリウム系化合物半導体の発光特性を向上させることができるという作用を有する。

【0018】ここで、AlInGa_xN層は、より具体的には組成Al_{1-x}In_yGa_{1-x-y}N（但し、 $0 \leq x \leq 1$, $0 < y \leq 1$, $x + y \leq 1$ ）で表される化合物層を示す。

【0019】以下に、本発明の実施の形態の具体例を図面を参照しながら説明する。

（実施の形態1）図1は本発明の一実施の形態における薄膜成長装置である有機金属気相成長装置の要部模式図、図2は本発明の一実施の形態における薄膜成長装置である分子線エビタキシー装置の要部模式図である。図1及び図2において、1は成長室、2は基板ホルダー、3は基板ヒーター、4a、4bは通気管、5は原料セル、6は基板である。

【0020】図1に示した有機金属気相成長装置は、有機金属化合物からなる原料ガスを通気管4aから流入させ、基板ホルダー2に装着された基板6を基板ヒーター3で所定の温度に加熱した状態で、基板6上に化合物層を結晶成長させる。

【0021】また、図2に示した分子線エビタキシー装置は、基板ホルダー2に装着された基板6を基板ヒーター3で所定の温度に加熱した状態で、原料セル5より分子（原子）線を基板6に照射し、基板6上に化合物層を結晶成長させる。

【0022】図1及び図2に示した薄膜成長装置が従来例と異なるのは、基板ホルダー2と基板ヒーター3の距離を制御できる距離制御手段（図示せず）を備えていることである。尚、図1及び図2においては、基板ホルダー2が成長室1内に固定され、基板ヒーター3が上下可動に配設されており、基板ヒーター3を移動させることによって基板ホルダー2と基板ヒーター3との距離を変える場合を示している。

【0023】このように、距離制御手段で基板ヒーター3を移動させて基板ホルダー2と基板ヒーター3との距離を変えられることで、基板ヒーター3の温度を一定に保ったまま、基板ホルダー2に装着された基板6の温度を変えることができる。この時、基板ヒーター3の温度が一定であるため、従来のように基板ヒーターの加熱量を変化させる場合に比べて、基板温度を変えてから安定化するまでの時間が短縮され、基板温度を極めて迅速に変化させることが可能となる。また、基板ホルダー2と基板ヒーター3の距離により、基板温度を厳密に制御することができる。したがって、結晶成長が中断される時間が短くなるため結晶成長中断時における結晶表面の変化を抑制して高品質な多層膜を形成できるとともに、多層膜からなる化合物半導体の全体的な成膜時間を短縮することが可能となる。

【0024】尚、本実施の形態においては、基板ヒーターを基板ホルダーに対して移動させる構成としたが、基板ヒーターに対して基板ホルダーを移動させるような距離制御手段を設けてもよい。

【0025】また、基板温度のモニターは成長装置の底または側面にシャッター付きの窓を設け、前記窓から放射温度計を用いて測定可能であり、基板ホルダーに熱電対を取付けても基板温度は測定可能である。

【0026】以下に、本発明を実施例を用いてより詳細に説明する。

【0027】

【実施例】図1に示したような有機金属気相成長装置を用いて、図4に示した窒化ガリウム系化合物半導体を作製した。以下に、その作製方法を図1及び図4を参照しながら説明する。

【0028】洗浄済みのサファイア基板7を有機金属気相成長装置の基板ホルダー2にセットし、成長室1に水素を十分に流してから、図3(a)に示す温度プロフィールに従って1100℃まで昇温し、サファイア基板7のサーマルクリーニング（水分の除去）を10分間行った。尚、図3は本実施例の窒化ガリウム系化合物半導体の作製時における基板ホルダーと基板ヒーターとの距離、基板温度、基板ヒーター温度の関係図を示すものであり、図3(a)が基板ホルダーと基板ヒーターとの距離の経時変化を示す図、図3(b)が基板温度の経時変化を示す図、図3(c)が基板ヒーター温度の経時変化を示す図である。

【0029】次に、基板ヒーター3の設定温度を1000℃から600℃に変更して基板温度を600℃まで下げた後、成長室1内にNH₃を5slm、トリメチルアルミニウム（以下、TMAと略称する。）を5sccm流しながら、AlN層8を50nm結晶成長させた。その後、基板ヒーター3の設定温度を600℃から1000℃に変更することによって基板温度を1000℃まで昇温させ、1000℃に達したところでトリメチルガリウム（以下、TMGと略称する。）を5sccm、10ppmのモノシラン（SiH₄）を100sccm流し、Siドープのn型GaN層9を2μm形成した。

【0030】次に、TMGを4sccm、TMAを2sccm流し、Siドープのn型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層10を0.1μm成長させた。この後、成長室1へのTMG、SiH₄の通気を中断してから、基板ヒーター3を1000℃に保ったまま、基板ヒーター3を基板ホルダー2に装着されたサファイア基板7の面に対して平行に3mm上昇させた。これによって、サファイア基板7の表面温度は800℃に低下して安定した。そこで、トリメチルインジウム（以下、TMIと略称する。）を100sccm、TMGを2sccm、NH₃を5slm流してIn_{0.1}Ga_{0.9}N層11aを5nm成長させた。

【0031】次に、NH₃以外の原料ガスの供給を中止した後、基板ヒーター3を2mm上昇させた。この時、サファイア基板7の表面温度は700℃に下降して安定した。この後、TMIを300sccm、TMGを1sccm流してIn_{0.3}Ga_{0.7}N層12を5nm成長させた。

【0032】次に、基板ヒーターを2mm下げてサファイア基板7の温度を800℃とした後、In_{0.1}Ga_{0.9}N層11bを5nm成長させてから、基板ヒーター3を3mm下げて元の位置まで戻した。

【0033】以上の操作において、基板ヒーター3を上下に移動させてサファイア基板7の温度を変えた際に、基板ヒーター3の移動開始から所望する温度に安定化するまでの時間は、1000℃から800℃、または800℃から1000℃で約1分、800℃から700℃、または700℃から800℃で約30秒であった。これらの時間は、従来のように基板温度を基板ヒーターの加熱量を制御して変化させる場合に比べて、1/5程度であった。

20 【0034】サファイア基板7の温度が1000℃で安定してから、TMG、TMA、NH₃に加えてシクロペンタジエニルマグネシウム（Cp₂Mg）を100sccm流してMgドープしたp型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層13を0.1μmの膜厚で成長させた。さらに、TMAの通気を中止してMgドープしたp型GaN層14を0.5μm形成した。

30 【0035】このようにして作製した多層膜基板をECRドライエッチ装置を用い、塩素ガスと水素ガスが各5sccmの流量で、出力200Wのプラズマ放電により試料の一部を約1μmエッチングしてn-GaN層を露出させた。この試料のn型、p型の各層にIn電極を付けて簡易型の青色LEDを作製した。

【0036】以上の方法により、基板ヒーターの移動によって基板温度を変えて作製したLEDは、有機金属気相成長装置における多層膜の形成に必要な時間を従来よりも約35分短縮することが可能であった。

【0037】

【発明の効果】以上のように本発明の薄膜成長装置によれば、結晶成長が中断される時間が短くなるため結晶成長中断時における結晶表面の変化を抑制して高品質な多層膜を形成できるとともに、多層膜からなる化合物半導体の全体的な成膜時間を短縮することが可能となることから、化合物半導体の生産性及び量産性を向上させることができるとともに、化合物半導体における化合物層間の接合界面において良好なヘテロ接合を形成することが可能で、化合物半導体の発光特性や電気的特性を向上させることができるという優れた効果が得られる。

【0038】また、本発明の薄膜成長装置を用いた窒化ガリウム系化合物半導体の製造方法によれば、窒化ガリウム系化合物半導体の生産性及び量産性を向上できると

ともに、発光特性に優れた窒化ガリウム系化合物半導体からなる青色発光ダイオードを製造することができるという優れた効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態における薄膜成長装置である有機金属気相成長装置の要部模式図

【図2】本発明の一実施の形態における薄膜成長装置である分子線エピタキシー装置の要部模式図

【図3】(a) 基板ホルダーと基板ヒーターとの距離の経時変化を示す図

(b) 基板温度の経時変化を示す図

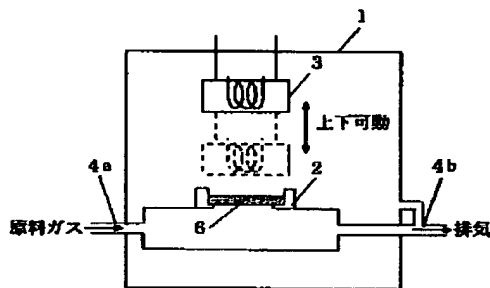
(c) 基板ヒーター温度の経時変化を示す図

【図4】窒化ガリウム系化合物半導体の構造を示す模式図

【符号の説明】

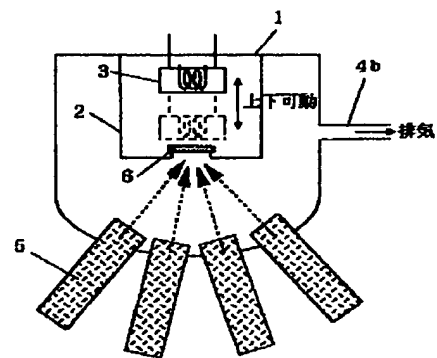
- 1 成長室
- 2 基板ホルダー
- 3 基板ヒーター
- 4 a, 4 b 通気管
- 5 原料セル
- 6 基板
- 7 サファイヤ基板
- 8 AlN層
- 9 n型Ga_{0.9}N層
- 10 n型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層
- 11 a, 11 b In_{0.1}Ga_{0.9}N層
- 12 In_{0.3}Ga_{0.7}N層
- 13 p型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層
- 14 p型Ga_{0.9}N層

【図1】

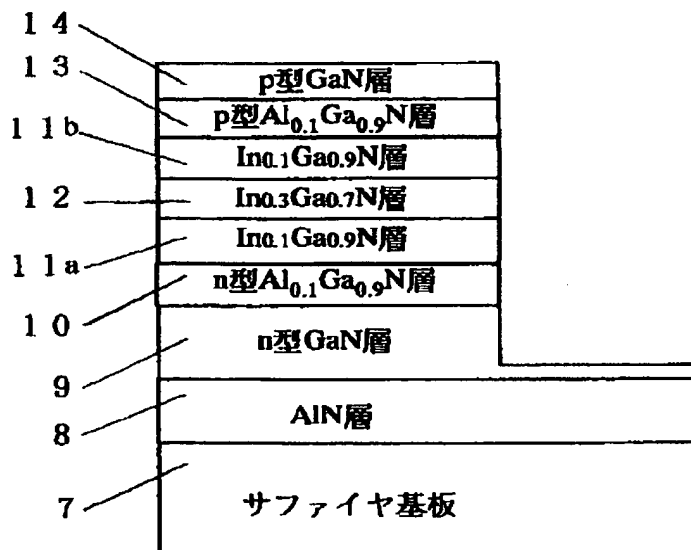


- 1 成長室
- 2 基板ホルダー
- 3 基板ヒーター
- 4 a, 4 b 通気管
- 6 基板

【図2】



【図4】



【図3】

